

Министерство образования и науки Российской Федерации
ФГБОУ ВО «Уральский государственный педагогический университет»
Институт физики, технологии и экономики
Кафедра физики и математического моделирования

**Измерение плотности металлических расплавов
методом проникающего гамма-излучения**

Выпускная квалификационная работа

Квалификационная работа
допущена к защите
Зав. кафедрой

Исполнитель:
Русанов Борис Андреевич,
студент группы БФ-42

дата

подпись

подпись

Научный руководитель:
Попель Пётр Станиславович,
доктор физико-математических наук,
профессор

подпись

Екатеринбург 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ПЛОТНОСТЬ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ РАСПЛАВОВ И МЕТОДЫ ЕЁ ИЗМЕРЕНИЯ	6
1.1. Современное состояние физики жидкого состояния	6
1.2. Методы измерения плотности расплавов	9
<i>1.2.1. Классические методы денситометрии жидкостей</i>	<i>9</i>
<i>1.2.2. Метод лежащей (большой) капли</i>	<i>12</i>
<i>1.2.3. Метод бесконтактной плавки</i>	<i>14</i>
1.3. Сущность метода проникающего гамма-излучения.....	16
ГЛАВА 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И ОСНОВНЫЕ ИСТОЧНИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ	23
2.1. Конструкция гамма-плотномера и методика проведения эксперимента	23
2.2. Источники погрешностей и способы их учёта	26
ГЛАВА 3. МОДЕРНИЗАЦИЯ ГАММА-ДЕНСИТОМЕТРА, ДРУГИХ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСТАНОВОК ЛАБОРАТОРИИ И ПРОВЕДЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ОПЫТОВ	27
3.1. Усовершенствование гамма-плотномера	27
<i>3.1.1. Основные недостатки действующего прибора</i>	<i>27</i>
<i>3.1.2. Основные мероприятия по модернизации установки</i>	<i>28</i>
<i>3.1.3. Блок-схема модернизированного денситометра</i>	<i>36</i>
3.2. Участие автора в модернизации других установок лаборатории	37
<i>3.2.1. Установка для измерения скорости звука</i>	<i>37</i>
<i>3.2.2. Установка для измерения удельного электросопротивления..</i>	<i>41</i>
3.3. Основные итоги проделанной работы	46
3.4. Подготовка гамма-денситометра к опытам	47
<i>3.4.1. Методика подготовки и проведения эксперимента</i>	<i>47</i>
<i>3.4.2. Градуировка экспериментальной установки</i>	<i>49</i>

ГЛАВА 4. ОБУЧЕНИЕ ШКОЛЬНИКОВ ФИЗИКЕ ЧЕРЕЗ	
ПОГРУЖЕНИЕ В НАУЧНУЮ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ	51
4.1. Содержание методики педагогического эксперимента	51
4.2. Реализация методики на базе НИЦ «Расплав»	52
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	55
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	56
ПРИЛОЖЕНИЕ 1	61
ПРИЛОЖЕНИЕ 2	62

ВВЕДЕНИЕ

Исследование свойств и структуры металлов и сплавов является одной из активно изучаемых проблем физики и современной техники. Поскольку в большинстве технологических процессов производства эти объекты проходят стадии выплавки и разливки, когда они находятся в жидком (расплавленном) состоянии, актуальной задачей является проведение подобных исследований именно для металлических расплавов. Из результатов измерения температурных и концентрационных зависимостей их свойств экспериментаторы извлекают наиболее подробную информацию об изменениях их строения [18].

В частности, результаты измерения плотности и коэффициента термического расширения дают исследователям информацию об изменениях координационного числа, величин межатомных расстояний и даже межатомного взаимодействия. Поэтому изучение плотности жидких металлов и сплавов с использованием современных прецизионных методов, является одной из **актуальных задач** современного материаловедения.

В нашей работе проведен анализ наиболее достоверных и производительных методов измерения плотности металлических расплавов. На его основе был выбран метод проникающего гамма-излучения, который в течение последних 15 лет активно применялся в научно-исследовательском центре «Расплав» Института физики, технологии и экономики. Недавно этот метод прошел процедуру Государственной аттестации, благодаря чему полученные с его использованием значения температурных и концентрационных зависимостей плотности могут быть отнесены к справочным данным [41].

За указанные 15 лет работы на экспериментальной установке, реализующей данный метод, были успешно проведены исследования плотности ряда жидких металлов (например, Cu, Fe, Al, Bi, Pd, Ga) и их

бинарных систем, таких как Ga-Bi, Cu-Al, и других [31]. Однако по мере ее эксплуатации возникла потребность в повышении точности измерений и производительности работы. Эти проблемы решались в ходе модернизации установки, но оставался еще целый ряд вопросов, на решение которых была направлена данная выпускная работа.

Целью работы было завершение запланированной модернизации экспериментальной установки по измерению плотности жидких металлов и сплавов методом проникающего гамма-излучения.

В соответствии с этим, решались следующие основные **задачи**:

1. Осуществить обзор литературы о методах измерения плотности металлических расплавов;
2. Подробно ознакомиться со способом измерения плотности по поглощению проникающего гамма-излучения и с реализующей его в НИЦ «Расплав» экспериментальной установкой;
3. Спланировать и провести работы по замене, восстановлению и модернизации основных узлов установки;
4. Провести подготовку экспериментальной установки к проведению экспериментов и градуировочные опыты;
5. Используя опыт модернизации гамма-плотномера, модернизировать, совместно с Е.С.Багласовой, основные узлы установок по измерению скорости ультразвука импульсно-фазовым методом в металлических расплавах и измерению электросопротивления бесконтактным методом во вращающемся магнитном поле;
6. Провести градуировочные измерения скорости ультразвука в воде и других жидкостях при комнатной температуре.

Структура работы: выпускная квалификационная работа состоит из введения, 4 глав, списка цитируемой литературы и приложений. Она изложена на 62 страницах, содержит 24 рисунка, 8 формул. Список литературы включает 50 наименований.

ГЛАВА 1. ПЛОТНОСТЬ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ РАСПЛАВОВ И МЕТОДЫ ЕЁ ИЗМЕРЕНИЯ

1.1. Современное состояние физики жидкого состояния

Жидкое состояние вещества является промежуточным между твердым (кристаллическим) и газообразным. Кристаллическое и газовое состояния - предельные для всякого вещества. Первое устойчиво при низких температурах и высоких давлениях, второе – напротив, при высоких температурах и низких давлениях. Свойства жидкости сильно изменяются в пределах области ее существования. Так, вблизи точки плавления ее свойства приближаются к свойствам твердого тела, а вблизи критической точки – к свойствам газа. Более того, при критических температуре и давлении обе фазы – жидкая и газообразная – становятся тождественными по всем своим свойствам и различия между ними носят количественный характер. Это обстоятельство приводит к затруднениям в создании модели идеальной жидкости [1, 5]. Для газообразного и кристаллического состояний такие модели существуют. Идеальный газ характеризуется абсолютным беспорядком в пространственном распределении невзаимодействующих атомов или молекул. Идеальный кристалл, напротив, символизирует абсолютный порядок в расположении частиц, между которыми действуют существенные силы притяжения.

Теории реальных газов и реальных кристаллов строятся как описание отклонений от соответствующих идеальных состояний. Отсутствие идеальной модели жидкости затрудняет формирование общей теории жидкого состояния [6].

Такая теория должна удовлетворять следующим требованиям:

- объяснять термодинамические свойства жидкости (энтальпию, энтропию, поверхностное натяжение) и описывать их зависимости от внешних параметров;
- дать уравнение состояния жидкости, указать точки фазовых переходов (кристаллизации, кипения);
- описать явления переноса (вязкость, диффузию, теплопроводность, электропроводность);
- описать явления рассеяния жидкостью различных излучений;
- содержать информацию об атомной структуре жидкости;
- включать данные о зависимости энергии взаимодействия между частицами жидкости от расстояния между ними.

Развитие теории сдерживается, в частности, недостаточно полными сведениями о характере распределения частиц (атомов, ионов или молекул) в жидкостях.

Можно выделить три основных источника данных о картине распределения частиц жидкостей [2, 7]:

1. Экспериментальные методы исследования, позволяющие получать температурные и концентрационные зависимости их структурно-чувствительных свойств (плотности, вязкости, электросопротивления и других). Сравнивая эти зависимости с теоретическими предсказаниями, делают выводы о пригодности модели жидкости, на которой основаны расчеты. Расхождения в экспериментальных и расчетных данных служат основанием для внесения уточнений в исходную модель [40]. Важно, чтобы опытные данные для различных характеристик жидкости объяснялись с использованием одних и тех же модельных представлений. Информация о строении жидкости в этом случае является косвенной.

2. Прямые и более подробные данные о пространственном распределении частиц жидкости могут быть получены с использованием дифракционных методов исследования. К ним относятся традиционные

методы рентгено-, электроно- и нейтронографии, а также возникшие относительно недавно методы исследования структуры, использующие синхротронное, или магнито-тормозное рентгеновское излучение.

3. Определенные достижения связаны с развитием методов теоретической оценки структуры жидкости. К ним относятся аналитическая модель жестких сфер, основанная на представлении об атомах как непроницаемых твердых шарах, а также методы машинного (компьютерного) моделирования, развивающиеся благодаря успехам вычислительной техники (методы Монте-Карло и молекулярной динамики).

Как уже указывалось, занимая промежуточное положение между твердым телом и газом, жидкость при определенных условиях обладает свойствами как газов, так и твердых тел. Они изотропны и текучи подобно газам, но вблизи точки плавления такие их характеристики как плотность, сжимаемость, теплоемкость близки к соответствующим величинам кристалла.

Металлурги обычно работают с жидкими металлами, не слишком перегретыми над ликвидусом – температурой полного расплавления кристаллов [34]. Их принято называть расплавами, чтобы отличить от жидкостей того же состава вблизи от критической температуры – перехода жидкость-пар [8, 9].

Свойства расплавов, как правило, ближе к свойствам твердого тела, чем к соответствующим величинам для газа [6]. Изучение структурно-чувствительных свойств металлических расплавов является очень перспективным и важным направлением в современной науке, поскольку из результатов измерения температурных и концентрационных зависимостей их свойств экспериментаторы извлекают наиболее подробную информацию об изменениях их строения [50].

В частности, как уже указывалось во Введении, результаты измерения плотности и коэффициента термического расширения дают исследователям информацию об изменениях координационного числа, величин межатомных расстояний и даже межатомного взаимодействия. Поэтому изучение плотности жидких металлов и сплавов с использованием современных прецизионных методов, является одной из актуальных задач современного материаловедения.

1.2. Методы измерения плотности расплавов

1.2.1. Классические методы денситометрии жидкостей

До настоящего времени человечество успешно применяет знания, полученные от далёких предков во многих областях своей деятельности, в том числе при проведении фундаментальных исследований и различных экспериментов.

Совокупность методов измерения плотности жидкостей и твердых тел называется денсиметрией (от лат. *densus*-плотный, густой и греч. *metreo*-измеряю). Исторически существовало два основных метода определения плотности вещества: ареометрический и пикнометрический. Ареометр — прибор, предназначенный для измерения плотности различных жидкостей и жидких субстанций. Устройство ареометров основано на известном гидростатическом законе Архимеда [24]. Историки науки считают, что этот прибор изобрела Гипатия — знаменитая женщина-ученый, астроном, математик и философ, глава Александрийской школы неоплатонизма [32]. Благодаря её научной деятельности были изобретены или

усовершенствованы и другие приборы: дистиллятор, астролябия и планисфера.

Обычно ареометр представляет собой стеклянную трубку, нижняя часть которой значительно расширена в диаметре (рис.1) [33]. Для достижения заданной массы при калибровке расширенная часть заполняется дробью или ртутью. В верхней части ареометра находится шкала, проградуированная в значениях плотности.

Поскольку плотность жидкостей весьма значительно зависит от температуры, ареометр обычно снабжают термометром.

Для проведения процедуры измерения плотности жидкости чистый ареометр осторожно помещают в мерную мензурку с жидкостью, но таким образом, чтобы ареометр свободно плавал в ней [32]. Значения плотности определяют по шкале ареометра находящейся на нижнем крае мениска жидкости.

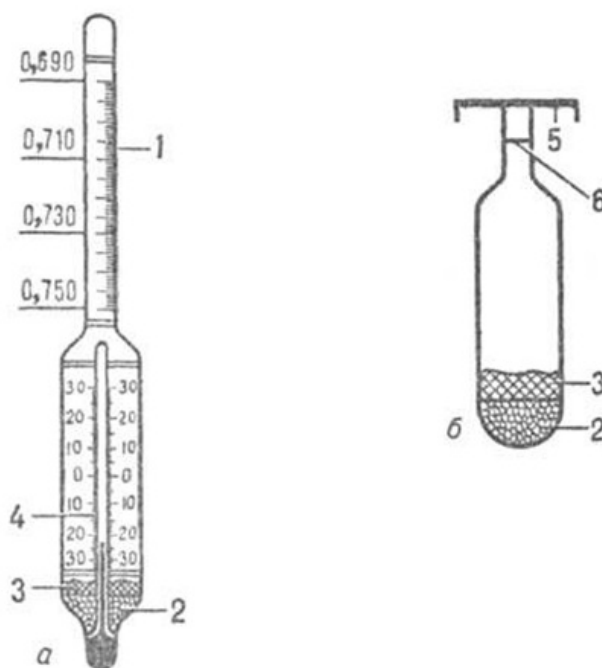


Рис. 1. Ареометры: а – постоянной массы (денсиметр); б – постоянного объёма; 1 – шкала плотности; 2 – балласт (дробь); 3 – связующая масса; 4 – встроенный термометр; 5 – тарелка для гирь; 6 – метка.

Для измерения плотности жидкостей часто используют еще один тип приборов – так называемый пикнометр (рис. 2) [33]. Перед измерением он тщательно промывается вначале растворителем для удаления следов испытуемого ранее вещества и примесей, затем хромовой смесью, водой, спиртом, эфиром. После очистки прибор тщательно просушивают и взвешивают. Затем подогревают пикнометр и чистую воду до тех пор, пока не начнут измерение плотности исследуемой жидкости. Следующее, что необходимо сделать – это наполнить пикнометр чистой дистиллированной водой до отметки, при этом необходимо внимательно следить за тем, чтобы температура воды была постоянна. Определяют массу пикнометра вместе с чистой водой, после чего пикнометр погружают в печь для просушки. Затем, нужно налить исследуемую жидкость и следить за температурой, которая должна соответствовать температуре воды на втором этапе. После этого

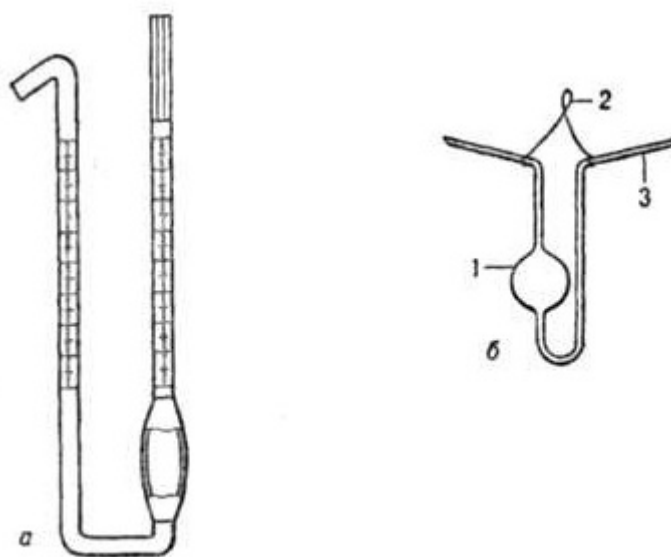


Рис. 2. Пикнометры: а – U – образный капиллярный; б – Оствальда; 1 – колба для жидкости; 2 – проволочная петля для подвешивания прибора к чашкам весов; 3 – метка.

определяется масса пикнометра с исследуемой жидкостью. Обеспечивается равенство объема исследуемой жидкости с объемом чистой воды, после чего

находят плотность этой жидкости по специальной формуле, в которую входят массы пикнометра, пикнометра с водой и с исследуемой жидкостью.

Совершенно ясно, что указанные выше классические методы денситометрии жидкостей не годятся для исследования жидких металлов и сплавов [11, 19]. Прежде всего, они не удовлетворяют таким требованиям, как высокие рабочие температуры и, возможно, давления, характер и степень воздействия конструкционных материалов на плотность анализируемых веществ. В процессе развития измерительной техники были разработаны новые методы, из которых в результате естественного отбора были выделены наиболее пригодные для измерений плотности высокотемпературных расплавов [9]. О них и пойдет речь в следующих разделах.

1.2.2. Метод лежащей (большой) капли

Метод лежащей (большой) капли считается одним из лучших для измерения плотности металлических расплавов и получил широкое распространение. Этим методом определены до 40% всех данных по плотности, полученных к настоящему времени.

Суть его заключается в том, чтобы определить объем лежащей осесимметричной жидкой капли известной массы по ее размерам и форме. Поэтому основная задача метода заключается в точном определении объема капли, так как ошибкой в определении массы капли можно пренебречь. Форма капли расплава, свободно лежащей на горизонтальной твердой подложке, определяется действием капиллярных сил и силы тяжести. Она описывается первым уравнением капиллярности [24,26], которому подчиняется все многообразие поверхностей раздела фаз в поле силы тяжести и частным случаем которого является уравнение Лапласа. Численное

интегрирование уравнения Лапласа для каплевидных форм было выполнено Башфортом и Адамсом [28], которые составили таблицы для определения объема и капиллярной постоянной через геометрические параметры лежащей капли.

Расчет объема лежащей капли достаточно сложен и трудоемок, а точность определения объема, следовательно, и плотности, зависит от точности определения угла смачивания [10].

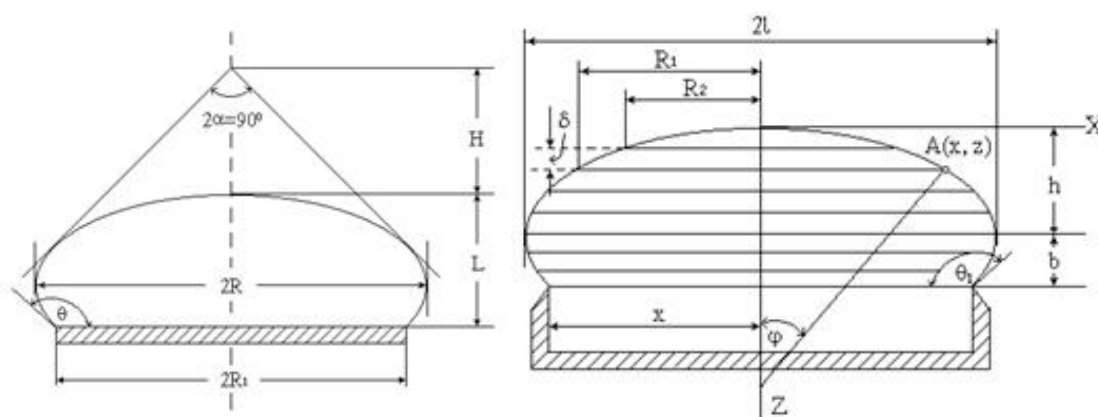


Рис. 3. Схема обмера капли для расчета плотности металлических расплавов

1. Метод является статическим, так как исследуемый образец для установления термодинамического равновесия в заданных условиях может находиться в неподвижном состоянии достаточно долго;
2. Минимизирован расход исследуемых образцов;
3. Результаты измерения плотности лежащей капли слабо зависят от угла смачивания, и эта зависимость может быть учтена;
4. Метод относительно прост в аппаратном оформлении, что облегчает создание высокотемпературных методик определения плотности;
5. Возможна обработка результатов с использованием графиков, таблиц, ЭВМ;

6. В контакте с исследуемым расплавом находится только чашка-подложка, поэтому выбор контактирующих пар ограничивается лишь возможным взаимодействием расплава с материалом подложки;

7. Измерения плотности можно проводить как в вакууме, так и в условиях контролируемой газовой среды;

Основные недостатки метода:

1. Поверхность капли не обновляется и может аккумулировать загрязнения и примеси, существенно влияющие на значение плотности;

2. Трудно обнаруживать и контролировать небольшие отклонения формы капли от равновесной вследствие наличия газовых пузырей в исследуемом расплаве или из-за малых отклонений от горизонтальности плоскости подложки, на которой сформирована капля [28];

3. Обработка результатов опыта и расчет величины плотности чрезвычайно трудоемки;

4. Трудно обеспечить однородность состава капли при исследованиях расплавов многокомпонентных систем.

1.2.3. Метод бесконтактной плавки

Этот метод основан на явлении левитации металлических образцов в высокочастотном переменном магнитном поле, созданном индуктором специальной конфигурации, и последующего индукционного нагрева образца теми же вихревыми токами, которые обеспечивают его левитацию. Образец находится в индукторе, представляющем собой один или несколько витков провода (чаще всего медного) [14]. В индукторе с помощью специального генератора наводятся мощные токи различной частоты (от десятка Гц до нескольких МГц), в результате чего возникает

электромагнитное поле. Это поле и наводит в образце вихревые токи, которые и разогревают его, и обеспечивают его «невесомость».

Система «индуктор-образец» представляет собой бессердечниковый трансформатор, в котором индуктор является первичной обмоткой, а образец - вторичной обмоткой, замкнутой накоротко. Магнитный поток между обмотками замыкается по воздуху (рис. 4) [27].

Сущность метода определения плотности методом бесконтактной плавки заключается в определении геометрических размеров левитирующей капли расплава, по которым в результате численного решения уравнений магнитной гидродинамики можно рассчитать ее объем. Как и в методе лежащей капли, масса образца определяется при независимом его взвешивании [15].

Преимущества метода бесконтактной плавки:

- Отсутствие взаимодействия расплава с огнеупорами;
- Высокая скорость разогрева и плавления образца;
- Возможность нагрева в атмосфере защитного газа или в вакууме;
- Интенсивное перемешивание расплава в ходе опыта;
- Малый размер исследуемого образца;



Рис. 4. Бесконтактная плавка металла

Недостатки метода:

- Сложность определения размеров капли вследствие непостоянства ее формы;
- Повышенная сложность оборудования;
- Повышенная мощность индуктора по сравнению с затратами энергии на джоулев нагрев образцов в других методах высокотемпературной денситометрии.

Отметим, что и метод лежащей капли, и метод бестигельной плавки до сих пор не прошли серьезной метрологической аттестации. Поэтому остаются открытыми вопросы о погрешностях величин плотности, полученных при их использовании.

Перечисленные методы определения плотности обладают малой универсальностью по отношению к исследуемому веществу. Анализ литературных источников показал, что исследование металлов в состоянии расплава предъявляет к эксперименту особые требования, которым удовлетворяет метод проникающего гамма-излучения.

1.3. Сущность метода проникающего гамма-излучения

Гамма-излучение способно проникать сквозь заметные слои вещества. По мере проникновения в вещество интенсивность излучения постепенно уменьшается [50]. Степень поглощения излучения зависит как от его вида и энергии, так и от толщины и физико-химических свойств вещества, которое его поглощает.

Измерение поглощения радиоактивного излучения лежит в основе действия приборов для измерения физико-химических и механических характеристик веществ, в частности, измерения плотности [12]. При

прохождении γ -квантов через вещество их энергия поглощается в основном электронами. Имеется свыше десятка различных типов элементарных процессов взаимодействия γ -квантов с веществом. Но для квантов с энергией от 0,1 до 10 МэВ с заметной вероятностью идут только три процесса: фотоэлектрическое поглощение, комптоновское рассеяние и процесс образования пар [17].

При фотоэффекте γ -квант взаимодействует с атомом поглотителя в целом. В результате энергия γ -кванта полностью передается одному из электронов атома. Кинетическая энергия освобожденного электрона равна разности между энергией γ -кванта и энергией связи электрона в атоме [13].

Комптоновский эффект является взаимодействием γ -кванта с одним из электронов поглотителя. При этом γ -квант передает электрону лишь часть своей энергии. Одновременно происходит изменение направления движения γ -кванта. Энергия E комптоновского электрона равняется разности энергии падающего и рассеянного фотонов. [23]

Третьим видом взаимодействия γ -квантов с веществом является эффект образования пар. Это явление состоит в следующем: γ -квант, двигаясь вблизи ядра атома, может превратиться в пару частиц: электрон и позитрон. В соответствии с законом эквивалентности массы и энергии на образование двух частиц – электрона и позитрона – расходуется энергия

$$2 \cdot m_e \cdot c^2 = 1.02 \text{ МэВ.}$$

Поэтому эффект образования пар может иметь место лишь для γ -квантов с энергией большей 1,02 МэВ [29].

Поглощение за счет фотоэлектрического эффекта существенно лишь для γ -квантов сравнительно небольшой энергии и для поглотителей с большим порядковым номером элемента. При энергиях γ -квантов, используемых обычно для измерения плотности металлов и сплавов (0,5 –

1,0 МэВ), наиболее вероятно комптоновское взаимодействие γ -кванта с веществом [23, 29].

На рис. 5 показаны области взаимодействия γ -излучения с веществом.

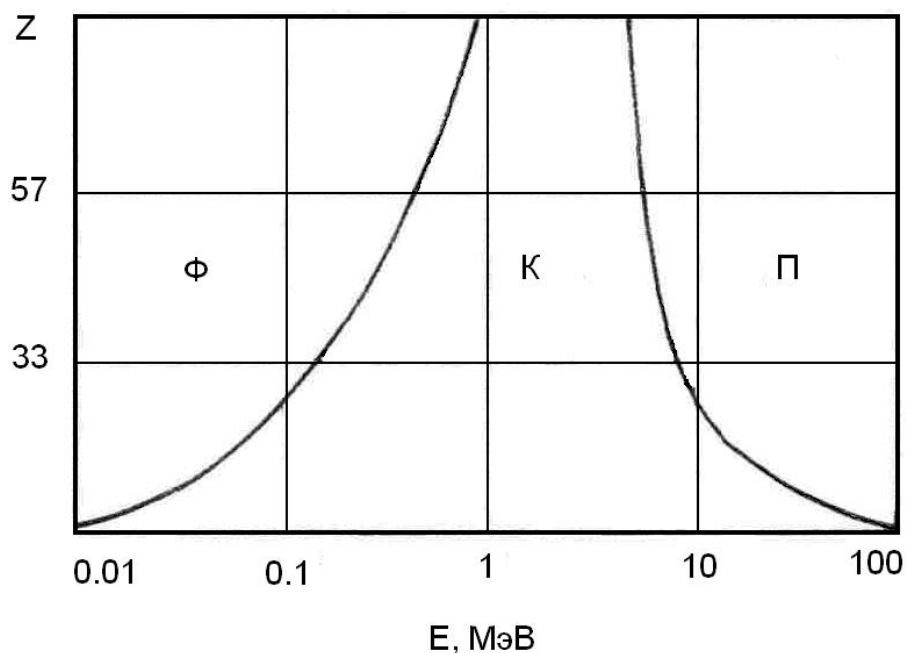


Рис. 5. Графическое изображение областей фотоэффекта (Φ), комптоновского эффекта (K) и эффекта образования пар (Π) в зависимости от атомного номера элемента (Z) и энергии излучения

Можно выделить ряд особенностей взаимодействия γ -квантов с веществом:

1. Гамма-излучение обладает весьма большой проникающей способностью;
2. В отличие от α - и β -частиц, которые постепенно замедляются, теряя при одном столкновении лишь незначительную часть энергии, γ -кванты в результате фотоэффекта или процесса образования пар поглощаются полностью, а при комптоновском эффекте теряют большую часть энергии;
3. При столкновениях с атомами среды образуются быстрые вторичные электроны и позитроны, которые производят ее ионизацию.

Массовый и линейный коэффициенты ослабления

Прохождение пучка γ -квантов через вещество приводит к выбыванию их из пучка. При фотоэффекте и процессе образования пар выбывание квантов происходит вследствие их исчезновения, при комптоновском процессе вследствие их рассеяния [31, 50]. Количество γ -квантов выбывших из пучка на длине dl равно

$$dN = -N(\sigma_K + \sigma_{\Phi} + \sigma_{\Pi})n dl, \quad (1)$$

где σ_K , σ_{Φ} , σ_{Π} – сечения комптоновского эффекта, фотоэффекта и эффекта образования пар на один атом; n – число атомов в единице объема.

Таким образом, количественная характеристика взаимодействия γ -излучения с веществом дается полным сечением взаимодействия на атом вещества, равным сумме сечений отдельных элементарных процессов:

$$\sigma = \sigma_K + \sigma_{\Phi} + \sigma_{\Pi} \quad (2)$$

Величина, равная произведению полного сечения на концентрацию атомов, называется линейным коэффициентом ослабления (μ_0):

$$\mu_0 = \sigma n, \quad \left[\frac{1}{\text{см}} \right] \quad (3)$$

Он выражает вероятность взаимодействия кванта с веществом на единице пути. Часто вместо линейного коэффициента ослабления пользуются массовым коэффициентом ослабления, равным:

$$\mu = \frac{\mu_0}{d}, \quad \left[\frac{\text{см}^2}{\text{г}} \right] \quad (4)$$

Решая уравнение (1), получаем закон ослабления бесконечного узкого параллельного, монохроматического пучка γ -квантов, прошедшего через слой вещества толщиной l

$$N = N_0 e^{-\mu dl} \quad (5)$$

где N_0 – число γ -квантов, зарегистрированное детектором без исследуемого образца.

Из выражения (5) можно определить плотность исследуемого образца [38, 45, 50]. Однако прежде всего нужно убедиться в том, что в пределах точности проводимых экспериментов поток γ -квантов действительно можно считать бесконечно узким.

Фактор накопления

Взаимодействие излучения с веществом сопровождается не только ослаблением, но и рассеянием γ -квантов. В случае контроля узким пучком, то есть при хорошо коллимированных источнике излучения и детекторе, рассеянные γ -кванты вылетают из пучка и не регистрируются детектором [50]. При этом с большой степенью точности выполняется экспоненциальный закон ослабления

$$I = I_0 e^{-\mu_0 l} = I_0 e^{-\mu dl} \quad (6)$$

где I и I_0 – интенсивности потока γ -квантов, регистрируемых детектором при наличии исследуемого образца и без него соответственно.

В реальных условиях пучок γ -излучения можно считать бесконечно узким лишь приближенно, поэтому на детектор всегда попадает некоторое количество γ -квантов, провзаимодействовавших с поглотителем и

рассеянных на некоторый угол [50]. При этом изменяется не только направление движения фотона, но и его энергия. В результате влияния рассеянного излучения интенсивность, регистрируемая детектором, получается выше, чем это следует из уравнения (6). Увеличение интенсивности излучения учитывается фактором накопления – В-фактором [45, 50], который равен отношению суммарной интенсивности γ -излучения, попадающего на детектор, к интенсивности фотонов, прошедших через вещество и не испытавших взаимодействия с ним. При этом интенсивность излучения за образцом, регистрируемая детектором, равна

$$I = I_0 B e^{-\mu d l} \quad (7)$$

Расчет рассеянного излучения прямой видимости по методике, изложенной в [43], показал, что для гамма-плотномера, который используется сейчас в Институте физики, технологии и экономики УрГПУ, фактор накопления В, характеризующий рассеяние в образце и стенках печи, отличается от единицы примерно на 4×10^{-5} .

* * *

Метод проникающего гамма-излучения является сегодня единственным методом высокотемпературной денситометрии, который метрологически аттестован и гарантирует высокую точность и производительность. Он и был избран для выполнения данного исследования.

Основные выводы к главе 1:

1. На основании анализа литературы и систематизации информации показано, что плотность является структурно-чувствительной характеристикой металлических расплавов;

2. Систематизированы литературные данные по истории изучения плотности веществ в различных агрегатных состояниях;

3. На основании анализа литературы описаны и систематизированы основные методы измерения плотности металлических расплавов, раскрыта их сущность, достоинства и недостатки.

ГЛАВА 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И ОСНОВНЫЕ ИСТОЧНИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. Конструкция гамма-плотномера и методика проведения эксперимента

Метод измерения плотности веществ с помощью гамма-излучения получил широкое распространение в науке и технике благодаря ряду хорошо известных преимуществ перед устройствами, которые имеют непосредственный контакт с исследуемым образцом. Все многочисленные промышленные конструкции гамма-плотномеров, гамма- и бета-толщиномеров имеют общие узлы: источник излучения, детектор излучения, систему преобразования сигналов, выходной прибор или устройства для вывода информации [8]. Различия конструкций обусловлены тремя факторами: необходимостью применения радиоизотопного источника излучения с минимальной активностью, разнообразием исследуемых объектов и условий, а также элементарно-приборных решений [17,18].

Высокотемпературные гамма-плотноммеры имеют в основе те же узлы и отличаются, главным образом, конструкцией измерительной ячейки и наличием электропечи со схемами питания и регулирования температуры, а также набором приборов для измерения температуры [20]. Особой задачей при создании исследовательских установок является обеспечение высокой точности измерений в широких диапазонах изменений плотности веществ и толщины образцов [21].

Принципиальная схема гамма-плотномера, которая была положена в основу создания в 1989 году на базе Физического факультета экспериментальной установки, приведена на рис.6 [18].

Внутри толстостенного контейнера биологической защиты находится источник излучения. Его положение может изменяться на подставке. В

рабочем положении источник фиксируется напротив отверстия коллиматора так, что центры отверстий коллиматора и источника располагаются на одной оси. В качестве источника излучения применяется радиоизотоп Cs-137, активностью около 1 Ки [18].

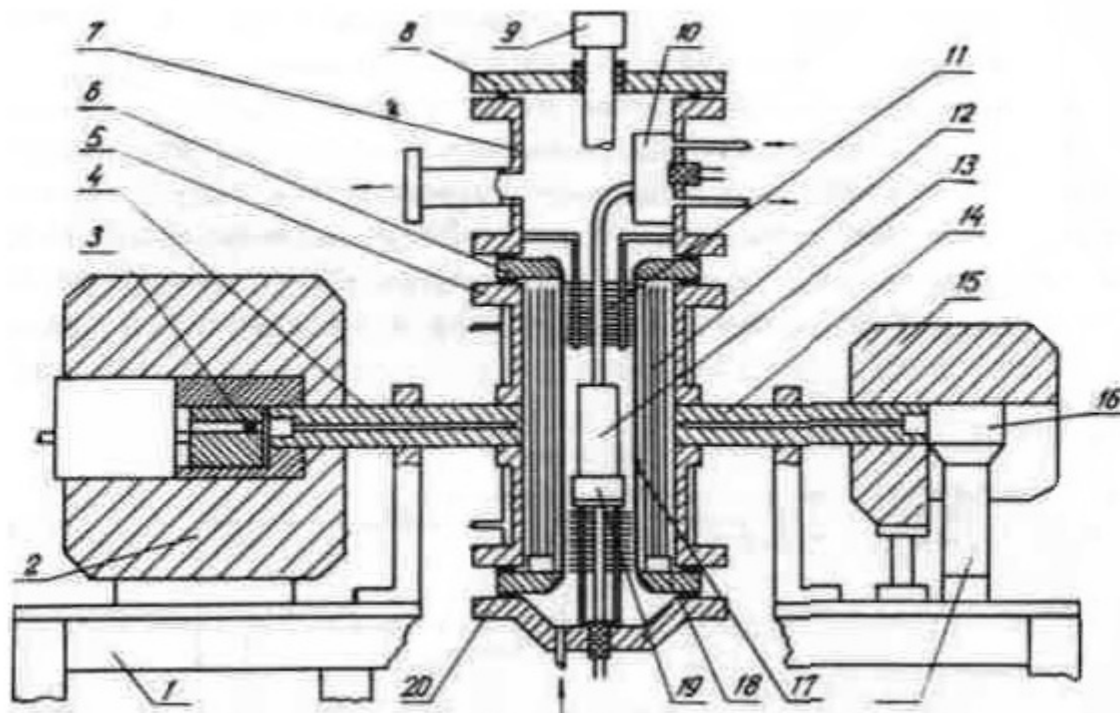


Рис. 6. Принципиальная схема гамма-плотномера: 1 - опорный стол; 2, 15 - защитный контейнер; 3 - источник излучения; 4, 14 - коллиматоры; 5 - корпус печи; 6, 18 - токоподвод; 7 - форвакуумная камера; 8, 20 - крышки; 9 - загрузочное устройство; 10 - термостат холодных спаев; 11, 12 - экраны; 13 - измерительная ячейка с образцом; 16 - сцинтилляционный детектор излучения; 17 - нагреватель; 19 — опора.

Пучок излучения организован системой двух соосных стальных коллиматоров (4,14), диаметром 40 мм и длиной 250 мм, диаметр отверстий 5мм. Расстояние от источника (3) по оси сцинтилляционного детектора (16) около 800 мм. Оценки показали, что при такой геометрии пучка фактор накопления составляет менее 1,0001 [18, 50] и мало изменяется при изменениях на порядок интенсивности прошедшего излучения. Полный поток гамма-квантов на оси детектора примерно 2×10^6 квант/с. [18] В

корпусе печи (5) смонтирована резистивная электропечь трубчатого типа, состоящая из тонкого (0,1 мм) молибденового нагревателя оригинальной конструкции (17), массивных водоохлаждаемых токоподводов (6,18) и систем терморadiaционных экранов (11,12). Корпус печи охлаждается водой по всему объёму измерительной камеры. Диаметр рабочей зоны печи составляет 60 мм, общая высота нагревателя 300 мм. При использовании молибденового нагревателя длительная работа печи возможна при температурах до 1800°C. Применение торцевых экранных систем обеспечивает изотермическую зону около 60 мм (± 30 мм от оси пучка) при температурах до 1500°C, давлении гелия примерно 0,2 МПа и потребляемой мощности 5 кВт [18,25].

Корпус печи удлинен над верхним токоподводом с помощью форкамеры (7). Отсюда проводится вакуумирование печи и заполнение защитным газом. Рядом с форкамерой установлен массивный термостат разъема «холодных спаев» термопар (10). В форкамере могут быть смонтированы и другие необходимые устройства.

На опору (19) устанавливается твердый образец или сборка тигля с образцом. Монтаж и юстировка тигля проводится через форкамеру. Образец устанавливается в необходимое положение относительно оси пучка излучения следующим образом: по высоте за счет регулировки высоты с помощью микрометра, а также сканирующей приставки, в горизонтальной плоскости - путем смещений вручную. Для удобства и экономии пространства печь с форкамерой и коллиматорами установлены на металлический каркас (1), который в свою очередь служит нишей для силового трансформатора [18].

2.2. Источники погрешностей и способы их учёта

Любой измерительный прибор обладает границами точности измерений. Экспериментальная установка, объединяющая в себе большое количество измерительных, управляющих и анализирующих устройств накапливает на выходе получаемых данных значительное число погрешностей, которые необходимо учесть.

Из формулы (7) следует, что относительная погрешность определения плотности вычисляется следующим образом [30]:

$$\frac{\Delta d}{d} = \sqrt{\left(\frac{\Delta \mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta l}{l}\right)^2 + \left(\frac{\Delta I}{I} \ln \frac{I}{I_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta I_0}{I_0} \ln \frac{I}{I_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta B}{B} \ln \frac{I}{I_0}\right)^2} \quad (8)$$

Здесь символами Δ обозначены погрешности соответствующих величин, описанных выше, которые включают в себя случайную и систематическую составляющие.

При расчете этих составляющих необходимо принимать во внимание тепловое расширение тигля, кривизну образца, неоднородность пучка гамма-квантов, отклонение формы тигля от идеального цилиндра, статистический характер распада изотопа, а также случайные ошибки измерения времени экспозиции, мёртвого времени детектора и радиометра, фонового излучения и эффекта наложения импульсов [22]. Процедура их учета описана в [30, 50].

Основные выводы к главе 2:

1. На основе анализа литературных источников описана конструкция гамма-плотномера, используемого в НИЦ «Расплав» и методика проведения измерений;
2. Указаны основные источники погрешностей при проведении эксперимента и способы их учёта.

ГЛАВА 3. МОДЕРНИЗАЦИЯ ГАММА-ДЕНСИТОМЕТРА, ДРУГИХ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСТАНОВОК ЛАБОРАТОРИИ И ПРОВЕДЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ОПЫТОВ

3.1. Усовершенствование гамма-плотномера

3.1.1. Основные недостатки действующего прибора

На протяжении нескольких лет эксперименты по определению плотности расплавов, упомянутые в главах 1 и 2, проводились на оборудовании, требующем значительных улучшений и проведения модернизации вследствие изношенности и громоздкости.

Описанная установка введена в эксплуатацию более 15 лет назад. Несмотря на достаточно хорошо отработанный алгоритм работы, накопилось значительное число недостатков, а именно:

1. Источник ионизирующего излучения устарел. Срок хранения, указанный в паспорте, истёк, что послужило одной из основных причин замены. Свинцовый контейнер не обеспечивал достаточной защиты обслуживающего персонала.

2. Счётчик импульсов Robotron 20046 вышел из строя вследствие изношенности некоторых частей электрической схемы прибора. Реле, регулирующее установку высокого напряжения на сцинтилляционный детектор, не поддерживало требуемых значений. Кабель, соединяющий детектор и счётчик оказался непригоден для эксплуатации.

3. Терморегулятор РИФ-101, несмотря на достаточно хорошие характеристики в управлении нагревом, обладает значительной громоздкостью по сравнению с современными аналогами и отсутствием цифрового управления. Установка новой системы управления нагревом на установке должна была повысить её эргономичность и качество работы.

4. Ранее используемый вакуумметр ВИТ-101А – аналоговый прибор, обладающий большими размерами и относительно низкой точностью измерений по сравнению с современными приборами этого назначения, требовал замены.

5. Устаревшая коммутационная часть экспериментальной установки, работа которой часто приводила к прерыванию эксперимента вследствие превышения значений мощности, которое было способно выдержать данное оборудование, потребовала модернизации и этой части установки. Пускатели основных приборов уступали современным аналогам по запасам мощности и вариативности методов управления. Кроме того, эти аналоги имеют существенно меньшие габаритные размеры.

6. Существенным недостатком экспериментальной установки была значительная изношенность шлангов системы охлаждения, часто возникающие течи, препятствующие непрерывному проведению измерений.

Устранению перечисленных недостатков и была посвящена описываемая в этой главе модернизация экспериментальной установки для гамма-денситометрии расплавов.

3.1.2. Основные мероприятия по модернизации установки

В результате проведённой модернизации установки для измерения плотности металлических расплавов методом проникающего гамма-излучения были заменены и улучшены основные узлы, а также устранены перечисленные выше недостатки в ее работе [36]. В соответствии с приведенным в предыдущем разделе перечнем, выполнены следующие мероприятия:

1. Установлен источник ионизирующего излучения БГИ-75А (рис.7) с радиоактивным изотопом Cs-137. Масса источника – 85 кг,

мощность экспозиционной дозы гамма-излучения на расстоянии 1 м - $(2.8 \pm 0.56) \cdot 10^{-8}$ А/кг, максимально допустимая активность источника в блоке - $5.6 \cdot 10^{10}$ Бк [36]. Данный источник обладает характеристиками, достаточными для проведения исследований. Особые размеры и форма контейнера биологической защиты потребовали изготовления специальной станины для установки источника. Её использование позволяет разместить источник на одной оси с коллиматорами, а сменные металлические подкладки позволяют проводить юстировку системы без дополнительных регулировочных устройств.



Рис.7. Источник ионизирующего излучения БГИ-75А

2. Устранение выше обозначенной проблемы со счётчиком импульсов Robotron 20046 было разбито на два основных этапа: проведение ремонта действующего счётчика специалистами Физико-технического института УрФУ, а также введение в эксплуатацию более современного анализатора, объединившего в себе все необходимые узлы для проведения исследований. Реализуя поставленные задачи, был успешно проведён ремонт счётчика импульсов Robotron 20046 и внедрён в работу спектро-аналитический блок САБ-ПУ (изготовитель ООО «Форатех»). Принципиальная электрическая схема этого блока представлена в приложении № 1.

Прибор, разработанный специально для проведения экспериментов по определению плотности металлических расплавов, является уникальным. Объединяя в себе блоки контроля температуры, управления нагревателем и счёта импульсов, он представляет собой обособленный комплекс, который способен автоматизировать эксперимент от процедуры загрузки образца в печь до получения экспериментальных данных.

На компьютере гамма-плотномера установлено программное обеспечение, которое позволяет реализовать все этапы эксперимента (рис.8).

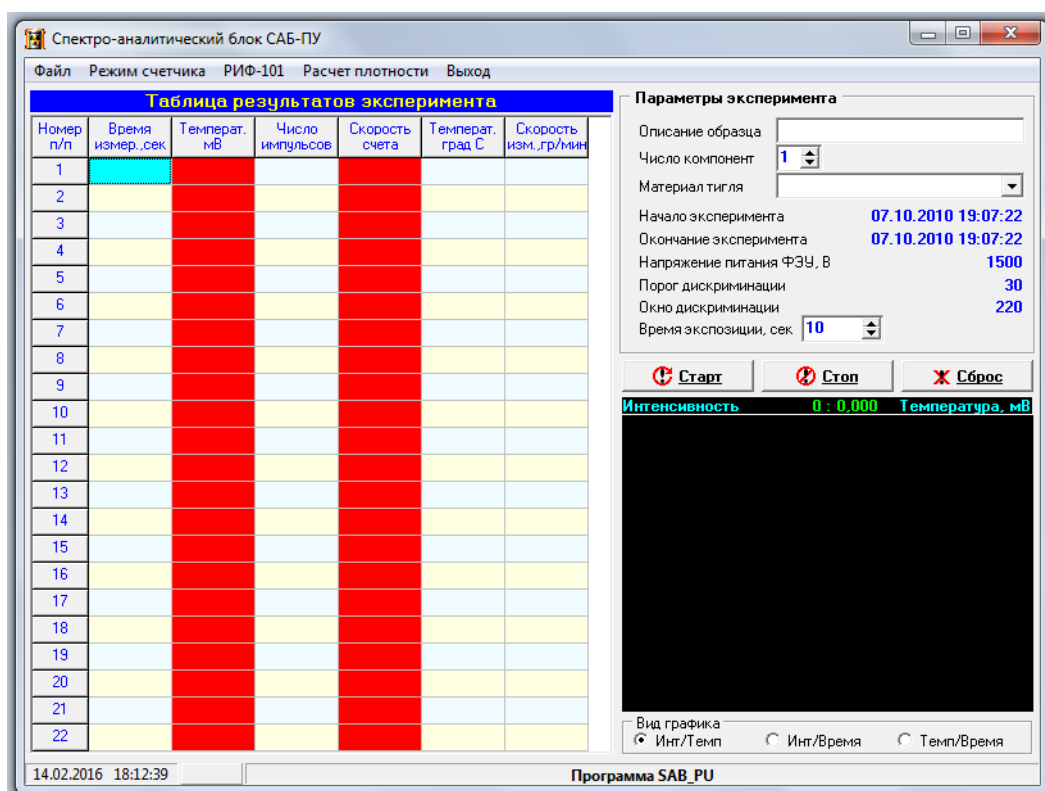


Рис. 8. Диалоговое окно программы для спектро-аналитического блока САБ-ПУ.

Помимо указанных возможностей, данное программное обеспечение позволяет работать с прибором в режиме счётчика для определения амплитудного распределения импульсов, устанавливать время экспозиции и задавать параметры эксперимента (материал тигля и тип используемой термопары).

3. Безусловно, одним из основных элементов в работе экспериментальных установок является система управления нагревом. В качестве замены устаревшей системы на гамма-плотномере был установлен силовой блок МБТ1Ф160Т2 (производитель «Термодат»), предназначенный для плавного регулирования мощности на однофазной нагрузке (рис. 9).

Данный прибор рассчитан на работу с терморегулятором этого же производителя или с другими устройствами управления. В нашей системе управления используется ПИД-регулятор Термодат 12К5.

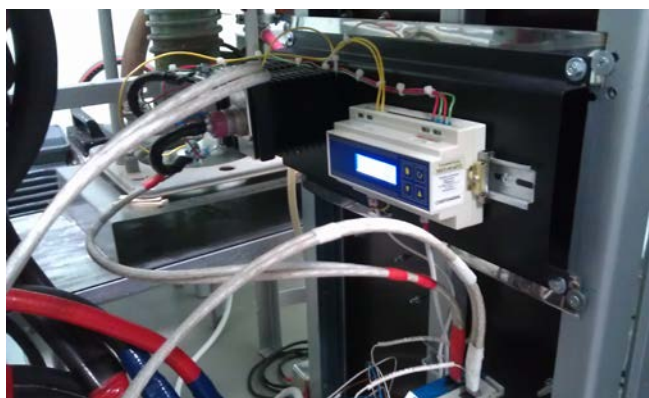


Рис. 9. Силовой блок МБТ1Ф160Т2

Блок-схема цепи управления представлена на рис.10. Основным достоинством данного прибора управления нагревом является возможность цифрового управления по составленной программе и автоматизации процесса измерений, что позволяет экспериментатору сосредоточиться непосредственно на проведении исследования. Силовой блок имеет панель индикации с алфавитно-цифровым индикатором. Кнопки на этой панели позволяют выбирать режим работы. На всех экспериментальных установках НИЦ «Расплав» используется режим фазоимпульсного управления (ФИУ), который позволяет плавно изменять эффективное напряжение и мощность на нагрузке. Тиристоры каждый сетевой полупериод открываются с регулируемой величиной фазового интервала открытого состояния от 5° до 180° .

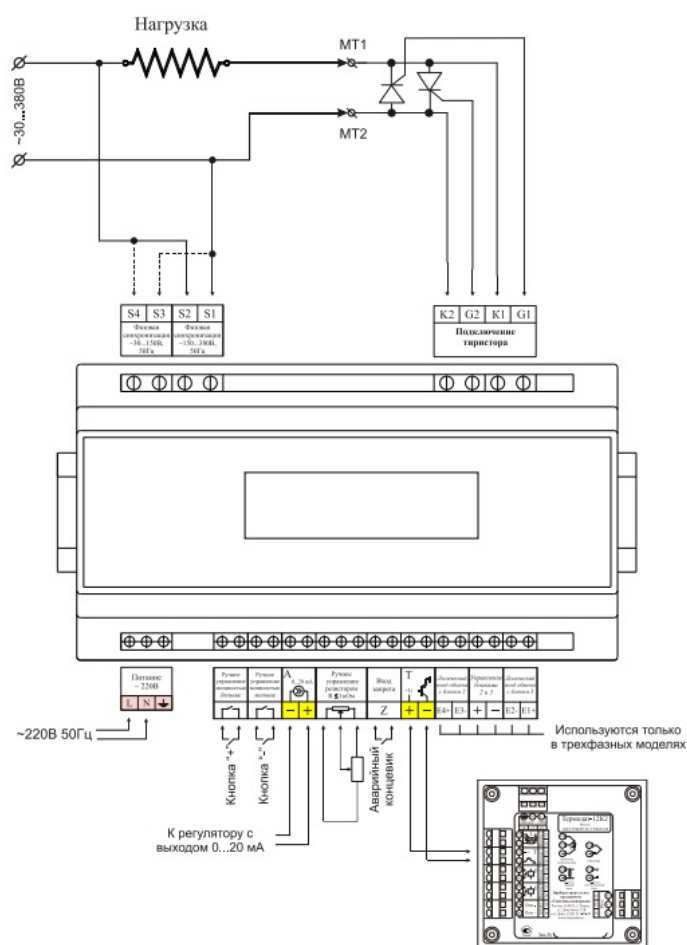


Рис. 10. Схема управления нагревом экспериментальной установки

Благодаря установке программного обеспечения на компьютер стало возможным цифровое управление мощностью, регулировкой температуры и измерением текущей температуры в печи. Также возможна реализация записи в память прибора требуемой программы нагрева и охлаждения (ступенчато или в непрерывном режиме).

4. В качестве замены устаревшего вакуумметра ВИТ-1А на гамма-плотнометре был установлен вакуумметр ВИТ12Т3. Отметим, что цифровой вакуумметр ВИТ12Т3 обладает возможностями по цифровому управлению и контролю и позволяет измерять величину вакуума в диапазоне от $1,33 \cdot 10^{-2}$ до 26,66 Па (при использовании преобразователя ПМТ-4М). Индикация

измеренного давления может осуществляться в паскалях и миллиметрах ртутного столба.

5. Полностью обновлён коммутационный узел. Особое внимание при работе было уделено организации электрических схем исполнительного оборудования. Заменены пускатели, автоматические выключатели и соединительные кабели. Все соединения выполнены из современных материалов с учётом требований по электробезопасности (рис.11).

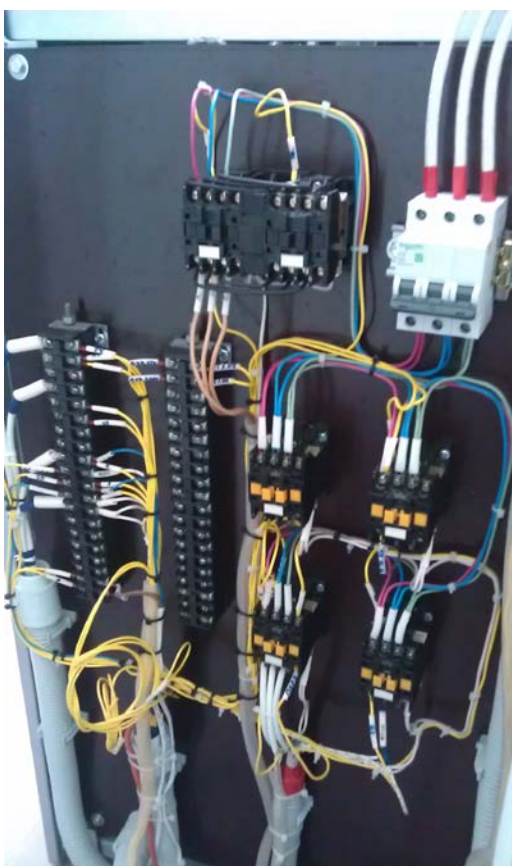


Рис. 11. Коммутационный пост гамма-плотномера

Одним из важнейших элементов коммутационного узла модернизированного гамма-плотномера стали два щита управления установкой (малый и большой), которые включают в себя все основные измерительные и контрольные приборы, кнопки регулировки и управления. Так основными элементами малого щита управления являются: цифровой вакуумметр ВИТ12Т3, ПИД-терморегулятор 12К5 и измеритель ТРМ-10. В

сборку большого щита управления гамма-плотномера вошли: амперметры и вольтметры для измерения тока и напряжения на первичной и вторичной обмотках силового трансформатора, кнопки и тумблеры включения диффузионного, форвакуумного насосов, вакуумного затвора и клапана, силового блока и терморегулятора (рис. 12).



Рис. 12. Большой и малый щиты управления гамма-плотногомера

Были улучшены и электрические схемы исполнительных механизмов и приборов. Важной частью работы в этом направлении стала сборка схемы управления вакуумным электромагнитным клапаном КВМ-25, который отделяет в сборке рабочие объёмы форвакуумного и диффузионного насоса. Заметим, что используемая предшественниками схема управления не позволяла применить автоматизацию в процессе открытия/закрытия клапана. В основу реализованной схемы управления взята заводская схема УУК-1, собранная вручную, что делает её единственной в своём роде (рис.13, приложение №2). Уникальность созданной схемы заключается в возможности регулировки удерживающего напряжения, что позволяет избежать перегрева корпуса клапана, а также в конструкционном

исполнении. Платформа, на которой расположена основная плата устройства, позволяет закрепить его на монтажной панели любого типа. В отличие от предыдущей схемы управления, новая обладает большей эргономичностью. Благодаря простой настройке она удобнее в эксплуатации.



Рис. 13. Внешний вид устройства управления клапаном КВМ-25

Открытие клапана происходит под действием электромагнита. При подключении клапана к сети 220 В для обеспечения необходимого усилия трогания на катушку подаётся напряжение, которое после срабатывания электромагнита, уменьшается до величины, обеспечивающей необходимый ток удержания ($U \approx 35$ В).

6. Работа по замене шлангов системы охлаждения гамма-плотномера выполнена в полном объёме. Проведены неоднократные испытания системы при нагреве установки, которые показали надёжность соединений и отсутствие течей.

* * *

Помимо перечисленных изменений была проведена проверка всех болтовых соединений установки и их частичная замена. Заменено вакуумное масло ВМ-1 в форвакуумном насосе, что позволило повысить степень вакуума. В результате проведённых работ удалось достигнуть величины вакуума при работе форвакуумного насоса: 10^{-2} мм.рт.ст, а при работе в совокупности с агрегатом вакуумным диффузионным (АВДМ-100): 10^{-4} мм.рт.ст.

Заменён крепёжный стенд для манометра и вакуумного крана на магистрали подачи гелия в измерительную камеру.



Рис. 14. Модернизированный гамма-плотномер

3.1.3. Блок-схема модернизированного денситометра

Внешний вид модернизированного гамма-плотномера приведен на рис.14, а блок-схема всей денситометрической установки представлена на рис.15. На схему нанесены основные узлы, введённые в эксплуатацию после проведения работ по модернизации.

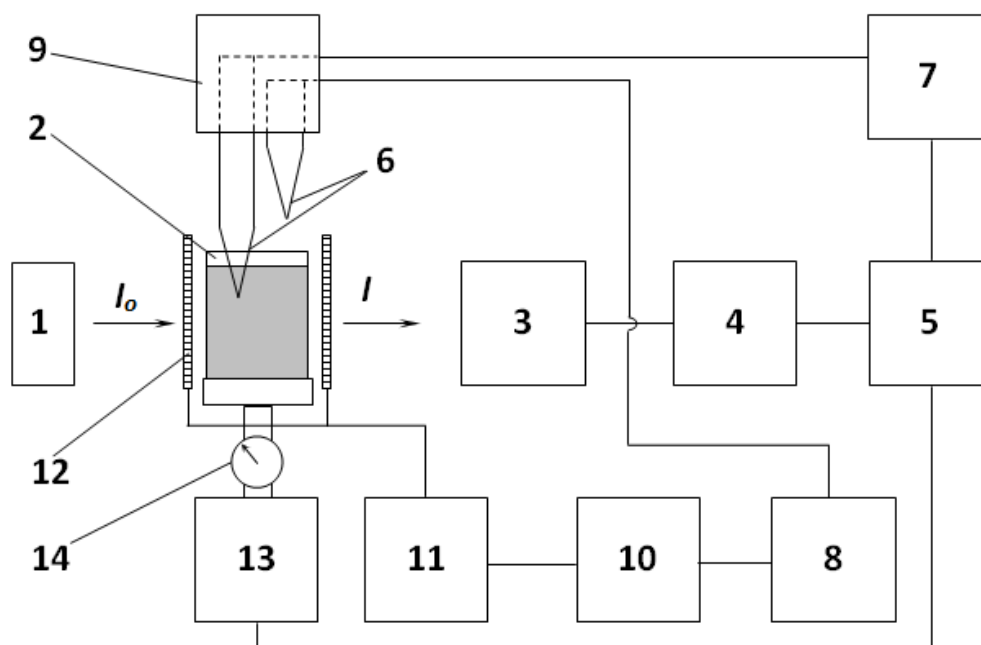


Рис.15. Блок-схема установки для измерения плотности металлических расплавов методом проникающего гамма-излучения.

1 – источник γ -квантов (БГИ-75А); 2 – тигель с образцом; 3 – сцинтилляционный детектор; 4 – счётчик импульсов (Robotron 20046 или САБ-ПУ); 5 – компьютер; 6 – термопары; 7 – измеритель ТРМ-10; 8 – терморегулятор Термодат 12К5; 9 – термостат; 10 – силовой блок МБТ1Ф160Т2; 11 – силовой трансформатор; 12 – молибденовый нагреватель; 13 – устройство контролируемого вертикального перемещения тигля; 14 – индикаторный микрометр.

3.2. Участие автора в модернизации других установок лаборатории

3.2.1. Установка для измерения скорости звука

На основе опыта, полученного при модернизации гамма-плотномера, в ходе подготовки выпускной квалификационной работы автором совместно с соисполнителями была проведена модернизация некоторых частей установок по измерению скорости звука импульсно-фазовым методом и

электросопротивления бесконтактным методом вращающегося магнитного поля.

Введение в эксплуатацию установки для измерения скорости звука импульсно-фазовым методом было осуществлено Е.С.Багласовой. Автор данной работы принимал участие в решении проблем и устранении недостатков, общих для двух экспериментальных установок [36].

К основным недостаткам существовавшей установки для измерения скорости звука можно отнести:

1. Отсутствие централизованного управления функциональными частями, обеспечивающими ее нагрев и вакуумирование;
2. Громоздкость конструкции силового трансформатора открывающей доступ к большому числу токоведущих частей;
3. Малоудобное расположение основных узлов экспериментальной установки, в том числе узла подвеса эталонной ячейки измерительного тракта;
4. Устаревшие шланги, магистраль подачи и резервуар слива воды, при работе которых часто возникали течи, препятствующие бесперебойному проведению эксперимента.

Решение этих проблем было разделено на 4 этапа:

1. Создание блока управления приборами нагрева и вакуумирования рабочего объема. Для этого была собрана специальная панель управления. В ней были использованы только новые функциональные части и коммутационное оборудование, что позволило повысить надёжность работы экспериментальной установки (рис.16).



Рис. 16. Силовой блок МБТ1Ф160Т2 и щит управления установки по измерению скорости ультразвука импульсно-фазовым методом

Блок пуска и управления форвакуумным насосом, силовым блоком и терморегулятором закреплён на текстолитовой пластине (рис.17). Подключения всех приборов и функциональных частей установки были выполнены с применением новых кабелей, а соединения выполнены с помощью специальных наконечников, которые увеличивают срок службы электрического узла установки до 15 лет.

2. Создание каркаса силового трансформатора авторской конструкции по образцу каркаса гамма-плотномера. Она позволяет проводить работы по обслуживанию его основных частей в соответствии с требованиями по электробезопасности и закрывает токоведущие части от оператора установки (рис.18).

3. Установка эталонной ячейки на подвесе авторской конструкции, расположенном на рабочем стенде. Эта конструкция обеспечивает надёжное крепление эталонной ячейки на стенде и позволяет оператору производить все манипуляции с установкой «на расстоянии вытянутой руки» (рис.18).

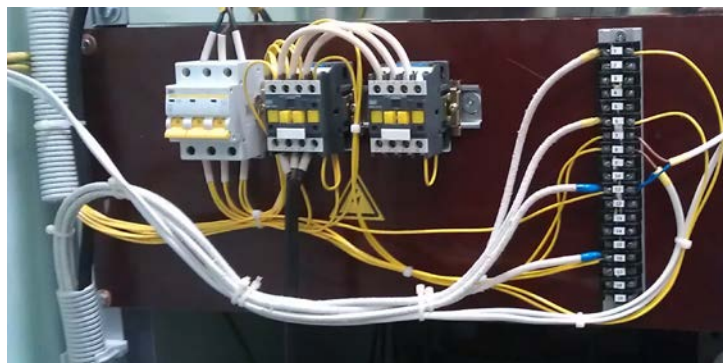


Рис. 17. Блок пуска и управления системой нагрева и вакуума установки по измерению скорости ультразвука импульсно-фазовым методом



Рис. 18. Каркас силового трансформатора с крышкой и эталонная ячейка на подвесе.

4. Одной из самых больших частей, которая подверглась модернизации, стал комплекс охлаждения установки. Выполненный из нержавеющей стали шкаф, в котором расположен узел подачи воды, позволяет оператору установки с удобством управлять этой системой, а

сливной бак, который расположен над шкафом, обеспечивает непрерывный слив «отработавшей» воды без задержек и образования стоячего объёма жидкости (рис.19).



Рис. 19. Шкаф подачи охлаждающей воды

3.2.2. Установка для измерения удельного электросопротивления

Ранее на установке для измерения вязкости расплавов также проводились эксперименты по измерению электросопротивления, однако такое совмещение функций требовало смены подвесной системы при переходе от измерения одного свойства к другому [16]. Поэтому было принято решение о создании нового специализированного вискозиметра и перепрофилировании старого на измерения электропроводности [36]. Основные мероприятия по модернизации экспериментальной установки для измерения электропроводности были продиктованы следующими ее недостатками:

1. Отсутствием настроек синхронизирующих измерительную линейку фотоэлементов с персональным компьютером и громоздкостью кабелей подключения;

2. Выходом из строя молибденового нагревателя, используемого на установке на протяжении нескольких предшествующих лет, и необходимостью сборки нового нагревателя, гарантирующего запас прочности узла нагрева еще на несколько лет;

3. Необходимостью замены изоляции медных катушек, обеспечивающих создание вращающегося магнитного поля, для обеспечения безопасной эксплуатации установки;

4. Отсутствием централизованного щита управления экспериментальной установкой, который обеспечивал бы удобство и безопасность при проведении измерений. Требовалось создание поста управления и коммутационного узла для автоматизации процесса управления;

5. Окончанием срока службы шлангов системы охлаждения, резервуара отработанной жидкости и магистрали ее подачи. Требовалась замена всей системы охлаждения из-за громоздкости существовавшей ранее и большой вероятности возникновения утечек охлаждающей жидкости.

Проведение работ по модернизации действующих узлов установки и созданию новых, осуществлённое совместно с Н.Н.Катковым и А.А.Сабирзяновым, было разбито на несколько основных этапов, что позволило устранить все перечисленные выше недостатки:

1. Произведено подключение, синхронизация и настройка линейки с фотоэлементами к компьютеру. Управляющая плата обеспечивает полную автоматизацию эксперимента. Осуществлена работа по креплению и прокладке кабелей подключения и питания.

2. Произведен монтаж нового молибденового нагревателя, собранного В.А.Семериковым, на токоподводы экспериментальной установки и крепление фланца токоподводов к измерительной камере.

3. Осуществлѐн монтаж новой принципиальной схемы реверса вращающегося магнитного поля, создаваемого катушками на измерительной камере (рис.20).



Рис. 20. Пост реверса вращающегося магнитного поля, закреплѐнный на щите управления установкой

В основу новой схемы положен принцип реверса трёхфазного электродвигателя. Управление реализовано с помощью магнитного пускателя ПМЛ и поста управления, состоящего из двух кнопок. Система снабжена блокиратором для предотвращения ошибок оператора и исключает возможности возникновения короткого замыкания. Помимо указанной выше схемы, реверс магнитного поля может быть осуществлѐн с помощью управляющей платы и программного обеспечения на компьютере.

4. Одним из основных направлений в работе стало создание централизованного щита управления основными функциональными узлами экспериментальной установки (рис.21). На основе опыта реализации схем управления на гамма-денситометре были созданы и успешно внедрены в работу щит управления и коммутационная текстолитовая пластина (рис.22).



Рис. 21. Щит управления основными функциональными узлами экспериментальной установки



Рис. 22. Коммутационная пластина, закреплённая на каркасе силового трансформатора

В начале работы был установлен новый стенд для более удобного обслуживания установки и монтажа щита управления, в сборку которого вошли: терморегулятор Термодат 12K5, кнопочный пост управления форвакуумным насосом, а также управление питанием приборов нагрева и вакуума. Размещение перечисленных элементов обеспечивает удобство для экспериментатора при обслуживании экспериментальной установки. Все подключения организованы с помощью новых материалов.

5. Проведена работа по замене шлангов системы охлаждения, резервуара слива отработанной жидкости и магистрали подачи. Перечисленные узлы имеют компактную конструкцию и существенно улучшили эргономику установки по сравнению с предыдущей сборкой. Система охлаждения тестировалась в режимах нагрева измерительной камеры, все соединения герметичны, течи отсутствуют (рис.23).



Рис. 23. Модернизированная установка по измерению электросопротивления металлических расплавов

3.3. Основные итоги проделанной работы

Одной из главных целей работы было улучшение рабочих характеристик экспериментальных установок, а также стремление к эргономичности и эффективности применяемых в работе технологий.

Проведение перечисленных ранее работ позволило достигнуть требуемых в экспериментах показателей всех установленных величин (вакуума, нагрева, выдержки нагревателя на заданных величинах температуры и др.). Их выполнение потребовало ряда оригинальных авторских идей, некоторые из них в перспективе могут быть запатентованы.

Перечислим мероприятия по модернизации всех перечисленных экспериментальных установок лаборатории:

1. Особое внимание в начале работ было уделено основным счётным трактам, считывающим устройствам и измерительным приборам на каждой из установок (гамма-плотномер: счётчик импульсов, установка по измерению скорости звука: частотомер и сигнальные кабели, установка по измерению электросопротивления: линейка из фотоэлементов). Их работа приведена в штатный режим, произведена калибровка и настройка. Процесс сбора и анализа данных стал более компьютеризированным.

2. Модернизированная система управления нагревом обладает возможностью компьютерной автоматизации и компактными размерами, а программирование этапов нагрева и охлаждения позволяет повысить точность эксперимента. На всех установках реализована схема управления с помощью приборов Термодат.

3. На каждой из перечисленных экспериментальных установок созданы щиты управления основными узлами и системами. Коммутация произведена на отдельных текстолитовых пластинах, что делает удобным процесс дальнейшего обслуживания. Появление таких постов управления

позволило уменьшить габариты некоторых узлов и улучшить качество работы экспериментатора.

4. Замена узлов подачи охлаждающей воды, резервуаров слива и шлангов охлаждения позволила обеспечить практически бесперебойную работу установок.

Исполнители стремились к автоматизации всех стадий проведения измерений. Модернизированная конструкция установок позволяет сосредоточить внимание исследователя на обработке и анализе полученных данных. Расположение всех функциональных элементов на расстоянии «вытянутой руки» способствует высокой производительности работы операторов [36].

3.4. Подготовка гамма-денситометра к опытам

3.4.1. Методика подготовки и проведения эксперимента

Для правильного измерения плотности необходимо проведение специальных процедур по подготовке оборудования, основных узлов экспериментальной установки и самого исследуемого образца [50].

Подбор уровня дискриминации.

Счетчик регистрирует импульсы, прошедшие не только от источника через коллиматоры, но и импульсы, обусловленные «холодной» эмиссией электронов с динодов сцинтилляционного детектора и из окружающей среды, которые вносят искажения. Если исследовать распределение импульсов P , то оно в зависимости от амплитуды импульсов (где амплитуда импульсов есть $f(E_\gamma)$) имеет два пика. В области малых температур имеется пик, обусловленный термоэмиссионным током и импульсами из

окружающей среды, который, по сравнению с пиком от монохроматического источника гамма-квантов, очень мал. Если рассмотреть зависимость $P(U)$, то она будет убывать до уровня, где регистрируются практически только кванты используемого монохроматического источника. Таким образом, регистрацию плотности потока квантов следует производить с таким уровнем дискриминации, чтобы отсечь все аппаратные помехи и шумы (рис.24).

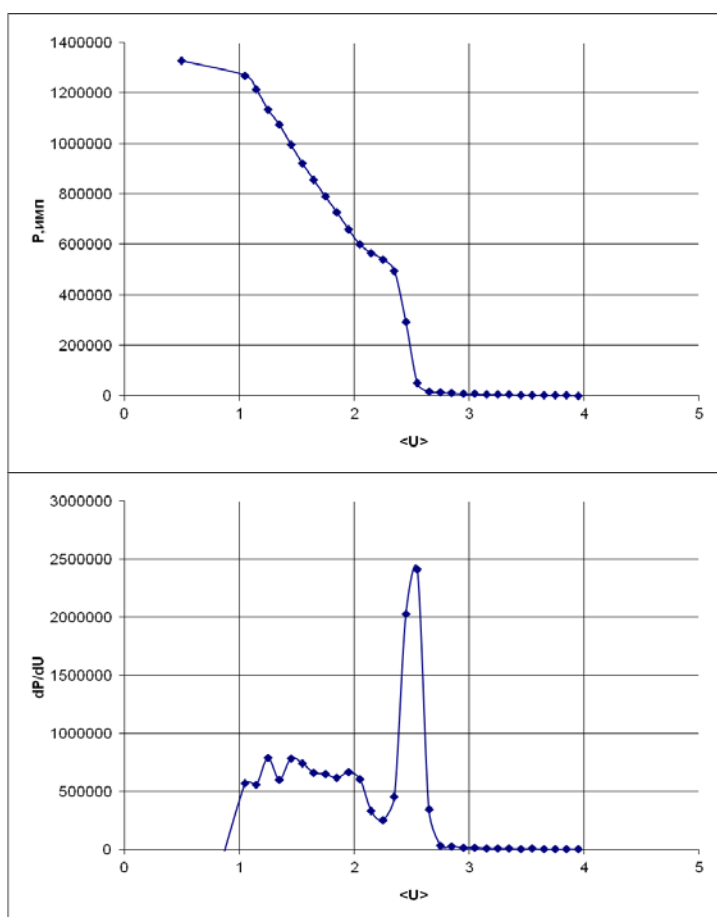


Рис. 24. Зависимость числа импульсов от амплитуды и уровня дискриминации при $t=100$ с, $U=1000$ В

Подбор напряжения, подаваемого на усилитель.

Расположение пика энергетического распределения импульсов, которые регистрирует детектор, зависит от напряжения, подаваемого на детектор. Напряжение следует выбирать так чтобы, наибольшему уровню дискриминации соответствовало число импульсов, приемлемое для

проведения эксперимента. Оптимальному значению уровня дискриминации 84% соответствует значение напряжения 1050 В.

Выбор времени экспозиции.

Время экспозиции определялось таким образом, чтобы случайная погрешность в определении числа импульсов составляла не более нескольких десятых процента. Известно [50], что время экспозиции порядка 400 секунд позволяет получить приемлемую погрешность в определении числа импульсов.

Воспроизводимость показаний счетчика.

Для того, чтобы добиться хорошей воспроизводимости числа регистрируемых импульсов, счётчик необходимо прогреть при напряжении, превышающем рабочее на 40 процентов [50], затем установить рабочее напряжение и фиксировать импульсы в автоматическом режиме в течение нескольких дней пока они не стабилизируются, и только после этого начинать проводить эксперимент.

3.4.2. Градуировка экспериментальной установки

Начиная основной опыт, необходимо провести градуировку установки. Работа заключается в получении зависимости числа импульсов, прошедших через пустой тигель, от температуры либо в вакууме, либо в атмосфере инертного газа (гелия). Градуировочный опыт проводится в том же режиме, что и основной эксперимент.

В ходе проведения градуировочных опытов были получены зависимости числа импульсов P_0 от температуры на различных температурных интервалах в вакууме. Опыты проводились в непрерывном режиме нагрева и охлаждения и в режиме термостатирования. При

проведении указанных работ нами было проведено тестирование всех функциональных узлов экспериментальной установки.

Основные выводы к главе 3:

1. Представлены и систематизированы основные результаты проведённой модернизации установки для измерения плотности методом проникающего γ – излучения, сформулированы основные этапы проведённой работы;
2. Представлены основные результаты модернизации установок для измерения скорости ультразвука и электросопротивления металлов и сплавов;
3. Сформулированы основные характеристики модернизированных узлов и их техническое описание, указанные изменения систематизированы;
4. Изложена методика проведения предварительных операций перед началом эксперимента по определению плотности абсолютным методом проникающего гамма – излучения;
5. Проведена подготовка гамма-денситометра к проведению исследований плотности металлических расплавов.

ГЛАВА 4. ОБУЧЕНИЕ ШКОЛЬНИКОВ ФИЗИКЕ ЧЕРЕЗ ПОГРУЖЕНИЕ В НАУЧНУЮ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ

4.1. Содержание методики педагогического эксперимента

Урал – металлургический край державы. Промышленность Свердловской области играет большую роль в социально-экономических сферах региона.

Однако низкая заинтересованность учащихся среднего и старшего звена в предметах естественнонаучного цикла, крайне низкий средний балл ЕГЭ по физике среди выпускников, слабая оснащённость учебных аудиторий оборудованием ставят перед педагогами Среднего Урала сложную задачу по воспитанию будущих инженеров и научно-технических кадров.

Предварительный опрос учащихся показал, что подавляющее большинство учащихся старших классов школ Екатеринбурга имеют низкую мотивацию, не осознают роль науки для современного производства. Знания, которыми обладают учащиеся, часто не отражают реальных результатов развития науки и оторваны от течений современных промышленности и производства.

В рамках программы «Уральская инженерная школа», которая была инициирована губернатором Свердловской области в 2014 году, возникла идея одного из решений поставленной задачи – обучение школьников физике через погружение в научную деятельность на базе исследовательских лабораторий.

Создание подобной методики обусловлено наличием возможностей проведения этого педагогического эксперимента на базе научно-исследовательского центра «Расплав». Это позволит сформировать у учащихся осознанное стремление к получению образования по техническим специальностям, а значит и желание глубже изучать физику.

Предлагаемая методика погружения в физику через научную деятельность направлена на решение следующих задач:

1. Пробудить в учащемся интерес к техническому образованию, инженерным дисциплинам и предметам естественнонаучного цикла;
2. Определить склонности и способности учащегося к изучению предметов естественнонаучного цикла;
3. Сформировать у учащихся навыки практической деятельности, необходимой для ведения исследовательских, лабораторных и конструкторских работ.

Данная методика реализуется пошагово в два этапа:

- а) ознакомление учащихся с научной деятельностью;
- б) занятия в научной лаборатории под контролем студентов старших курсов – сотрудников лаборатории, аспирантов.

Результатом работы с учащимися на первом этапе является пробуждение интереса в изучении физики, осознание необходимости повышения уровня знаний для участия в научных исследованиях. Результатом второго этапа является выполнение проекта на основе проведенных школьником экспериментов по исследованию свойств металлов одним из выбранных методов [4].

4.2. Реализация методики на базе НИЦ «Расплав»

Первый этап предлагаемой методики в формате экскурсии по лаборатории НИЦ «Расплав» был реализован в период с февраля по апрель 2016 года с учащимися 7-10 классов школ городов Москва, Екатеринбург, Талица, Новоуральск, Асбест.

Содержание экскурсии в предлагаемой методике может быть использовано как закрепление пройденного материала на уроке, углубление знаний по предмету, а также как профориентация на рабочие профессии технического профиля и инженерные специальности.

В рамках реализации методики, экскурсии были проведены с разным содержанием по перечисленным выше направлениям.

После проведения ряда экскурсий нами сформулированы методические рекомендации:

На первом этапе:

- а) необходимо сделать акцент на современные разработки и их значимость на мировом уровне;
- б) содержание экскурсии должно быть приближено по уровню сложности к школьному курсу физики.

На втором этапе:

- а) целесообразно посвятить занятия подробному изложению методики измерений, познакомить учащихся с принципиальной схемой установки;
- б) перед погружением учащегося в научную деятельность необходимо учитывать его индивидуальные особенности.

По итогам проведения экскурсии отмечается рост заинтересованности учащихся научно-инженерной деятельностью, повышение мотивации к изучению естественнонаучных дисциплин и понимание роли науки в образовании и обучении [35]. Анализ данных результатов и пошаговое описание реализации этапов методики подробно описаны в работе Е.С.Багласовой «Исследование скорости и затухания ультразвука в металлах и сплавах».

Основные выводы к главе 4:

1. Описано содержание методики обучения физике через погружение в научную деятельность;

2. Представлены результаты проведения экскурсий в лабораторию НИЦ «Расплав» для школьников Москвы, Екатеринбурга и Свердловской области;

3. Сформулированы основные методические рекомендации по представленной методике обучения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Подводя итог выполненной работе, мы можем заключить, что задачи исследования, поставленные во введении, выполнены полностью. Его основные результаты и выводы:

1. Подготовлен обзор и выполнена систематизация литературных источников о методах измерения плотности металлических расплавов;
2. Изучен метод проникающего гамма-излучения для измерения плотности металлов и сплавов. Освоена экспериментальная установка, реализующая данный метод в научно-исследовательском центре «Расплав»;
3. Проведены работы по замене, восстановлению и модернизации основных узлов гамма-денситометра;
4. Экспериментальная установка подготовлена к проведению исследований. Градуировочные опыты показали, что работы по ее модернизации проведены качественно;
5. Совместно с Е.С.Багласовой, А.А.Сабирзяновым и Н.Н.Катковым модернизированы основные узлы установок по измерению скорости ультразвука импульсно-фазовым методом и измерению удельного электросопротивления бесконтактным методом во вращающемся магнитном поле;
6. Ультразвуковая установка успешно запущена в эксплуатацию. На ней проведены градуировочные измерения скорости ультразвука в воде и других жидкостях при комнатной температуре.

Таким образом, цели, поставленные в начале исследовательской работы, полностью достигнуты.

Попутно была разработана методика вовлечения учащихся в научную деятельность и углубления их знаний по предмету. Это позволяет автору полагать, что результаты выпускной квалификационной работы будут полезны и с дидактической точки зрения.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Арсентьев П.П. Металлические расплавы и их свойства / Арсентьев П.П., Коледов Л.А. - М. Металлургия, 1976 г.
2. Арцыбашев В. А. Гамма-метод измерения плотности. – М.: Атомиздат, 1965. –203 с.
3. Бабичев А.П. Физические величины. / Бабичев А.П., Бабушкина Н.А., Браткова А.М. и др. //Справочник. Под. ред. Григорьева И.С., Мейлихова Е.З. М.: Энергоатомиздат. 1991. с. 256.
4. Багласова Е.С., Русанов Б.А. Фундаментальные исследования как способ развития инженерного мышления студентов. Формирование инженерного мышления в процессе обучения: материалы междунар. науч.-практ. конф., 7-8 апреля 2015 г., Екатеринбург, Россия:/Урал.гос.пед.ун-т; 2015. – 284 с.
5. Баландин Г.Ф. Формирование кристаллического строения отливок. – М.: Машиностроение, 1973.- 287 с. 5.
6. Баум Б.А. Металлические жидкости – проблемы и гипотезы. М.: наука,1979, 120 с.
7. Болотникова Н.А. Расчёт контактной плотности и сдвига Найта в жидких металлах методом псевдопотенциала.: диссертация на соискание учёной степени кандидата физ.-мат. наук, Челябинск, 1998 г.
8. Ватолин Н.А. Дифракционные исследования строения высокотемпературных расплавов. / Ватолин Н.А., Пастухов Э.А. - М.: Наука, 1977. 189 с.
9. Вилсон Д.Р. Структура жидких металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1972. 247 с.
10. Гаврилин И.В. Плавление и кристаллизация металлов и сплавов. – Владимир: ВГУ, 2000.- 260 с 19. /Журнал «Литейное производство», 1980-2000 г.

11. Глазов В.М. Методы исследования свойств жидких металлов и полупроводников. / Глазов В.М., Вобст М., Тимошенко В.И. – М.:Металлургия,1989.384 с.
12. Гусев Н.Г. Гамма-излучение радиоактивных изотопов и продуктов деления. Теория и таблицы. М., Физматгиз, 1958.
13. Данилов В.И., Радченко И.В. Рассеяние рентгеновых лучей в жидких эвтектических сплавах // Журнал экспериментальной и теоретической физики, 1937. Т. 7, вып. 9-10. с. 1158-1160.
14. Дутчак Я.И. Физика металлов и металловедение, 1961. Т. 11, вып. 2. с. 290-293.
15. Иоффе А.Я. Основы теории и технологии литейного производства. / Иоффе А.Я., Кузин А.В. // Учебное пособие. – Л.:ЛПИ, 1986.- 87 с.
16. Константинова Н.Ю., Курочкин А.Р., Борисенко А.В., Филиппов В.В., Попель П.С. Вязкость расплавов медь-аллюминий. Труды XIV Российской конференции «Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов». Екатеринбург: УрО РАН, 2015.-380 с.
17. Косилов Н.С. Исследование плотности расплавов на основе железа: Диссертация на соискание учёной степени кандидата технических наук. Свердловск, 1979. 183 с.
18. Косилов В.С., Попель П.С., Коновалов В.А. и др. Методика абсолютных измерений плотности расплавов по ослаблению гамма-излучения. // Гамма-метод в металлургическом эксперименте. Новосибирск, 1981. с. 32–38
19. Крицман В.А., Станцо В.В. Металлы. Энциклопедический словарь юного химика. 2-е изд. — М.: Педагогика, 1990. — 320 с.
20. Куликов И.С. Применение радиоактивных изотопов в металлургии. / Куликов И.С., Попов И.А. – М.: Металлургия, 1956. – 260 с.

21. Лаврентьев М.А. Проблемы гидродинамики и их математические модели. Главная редакция физико-математической литературы изд-ва «Наука», 1973 г.
22. Лейпунский М.В. Статистика отсчетов при регистрации элементарных частиц. – М.: Атомиздат, 1966.-342 с.
23. Лейпунский О. И. Распространение гамма – квантов в веществе. – М.: Физматгиз, 1960. – 284с.
24. Мордасов Д.М. Технические измерения плотности. – Тамбов: Издательство ТГТУ, 2004. – 80 с.
25. Новохатский И.А. Особенности проявления различных типов структурных превращений в металлических расплавах // Известия вузов. Чёрная металлургия, 1985. № 9. с. 1-9.
26. Пашаев Б.П. Плотность, скорость ультразвука, электро- и теплопроводность легкоплавких многовалентных металлов в жидком состоянии. Обзоры по теплофизическим свойствам веществ // ТФЦ-М.:ИВТАН. 1982. № 3(35).
27. Пикунов М.В. Плавка металлов. Кристаллизация сплавов. Затвердевание отливок. М.: МИСиС, 1997.- 374 с. 9.
28. Пилипенко А.Т. Металлы. Общие свойства металлов // Справочник по элементарной химии / под ред. академика АН УССР А. Т. Пилипенко. — К.: Наукова думка, 1985. — С. 341–342. — 560 с.
29. Попель П.С. Коллоидная и примесная микронеоднородность жидких металлических растворов.: диссертация на соискание учёной степени доктора физ.-мат. наук. Свердловск. 1988. 387 с.
30. Попель П.С., Коновалов В.А., Поротов А.В. К вопросу о точности абсолютных измерений плотности гамма-методом. Гамма-метод в металлургическом эксперименте. Новосибирск. 1981. с. 55-64.
31. Попель П.С., Курочкин А.Р., Борисенко А.В. Объёмные свойства расплавов медь-аллюминий и особенности их перехода в микрогомогенное

состояние при повышении температуры. Труды XIV Российской конференции «Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов». Екатеринбург: УрО РАН, 2015.-380 с

32. Прохоров А.М. Физическая энциклопедия. – М. : Большая российская энциклопедия, 1992. – 637 с.

33. Профос. П. Измерение в промышленности. Т.2. – М. : Metallurgia, 1990 – 383 с.

34. Регель А.Р., Глазов В.М. Физические свойства электронных расплавов. М.: Наука, 1980. 294 с.

35. Русанов Б.А. Демонстрация экспериментальных установок как средство формирования инженерного мышления у учащихся. Формирование инженерного мышления в процессе обучения: материалы междунар. заочной науч.-практ. конф., 2016 г., Екатеринбург, Россия:/Урал.гос.пед.ун-т; 2016. – 255 с.

36. Русанов Б.А., Багласова Е.С., Ягодин Д.А., Сидоров В.Е., Сон Л.Д., Попель П.С. Модернизированная лаборатория исследования свойств металлических расплавов. Труды XIV Российской конференции «Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов». Екатеринбург: УрО РАН, 2015.-380 с.

37. Скребцов А.М. Конвекция и кристаллизация металлического расплава в слитках и отливках. – М.: Metallurgia, 1993.- 144 с. 17.

38. Станкус С.В., Хайрулин Р.А., Мозговой А.Г. Плотность расплавленной свинец-висмутовой эвтектики при высоких температурах. «Перспективные материалы» 2004 г. №4

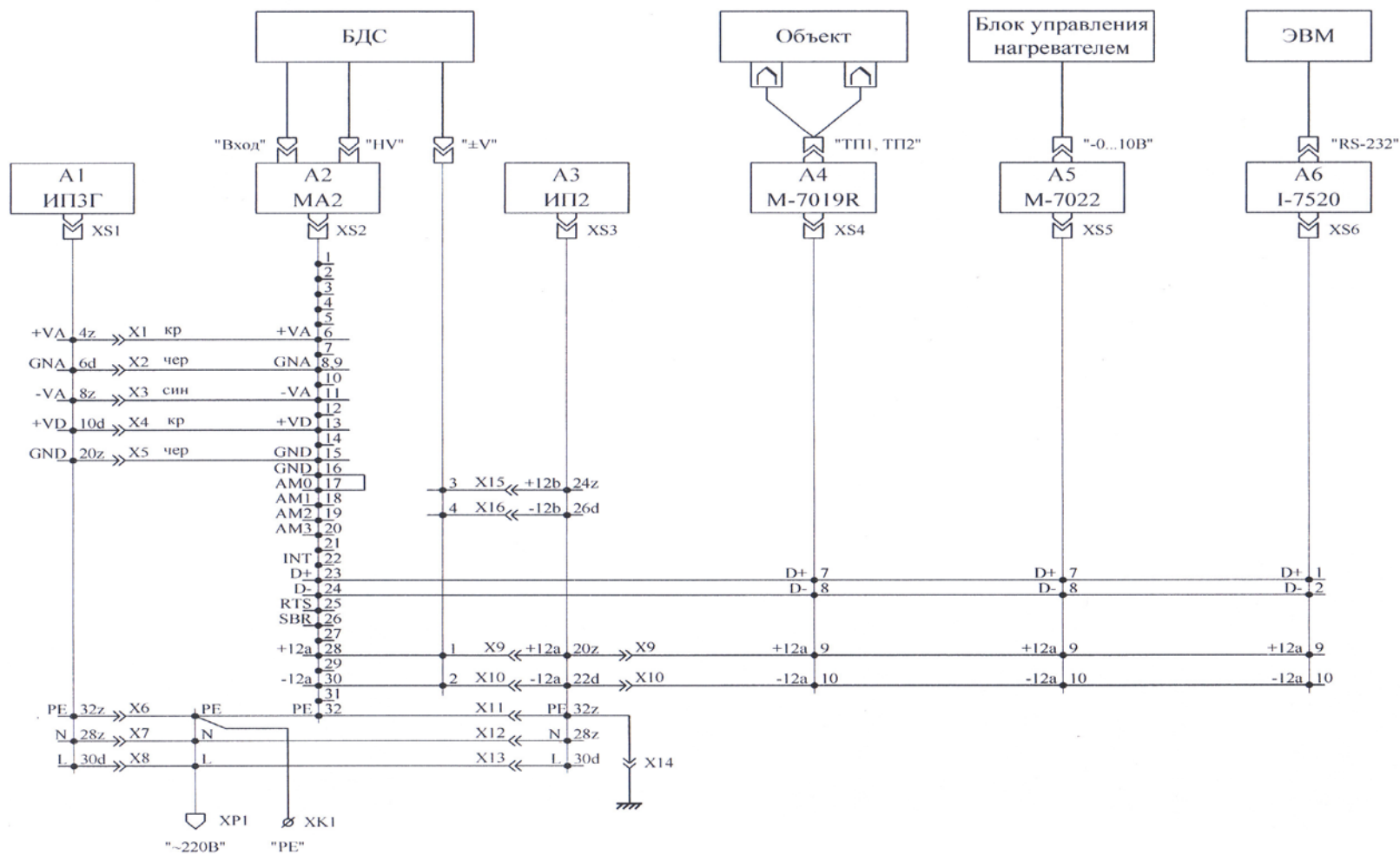
39. Таран Ю.Н., Мазур В.И. Структура эвтектических сплавов. М.: Metallurgia, 1978. 312 с.

40. Тарбеев Ю.В. Измерения массы, плотности и вязкости. – М. : Издательство стандартов, 1988. – 175 с.

41. Филиппов В.В., Ягодин Д.А., Шуняев К.Ю. Плотность и электросопротивление расплава $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{50}$. Труды XIV Российской конференции «Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов». Екатеринбург: УрО РАН, 2015.-380 с.
42. Френкель Я.И. Кинетическая теория жидкостей, Ленинград. «Наука», 1975 г.
43. Хайрулин Р.А. Плотность, тепловое расширение и фазовые превращения жидких металлов, сплавов и соединений редкоземельных элементов.: диссертация на соискание учёной степени доктора физ.-мат. наук, Новосибирск, 2003 г., 283 с.
44. Харьков Е.И., Лысов В.И., Фёдоров В.Е. Физика жидких металлов. Киев: Вища школа. 1979, 247 с.
45. Цапков В.И. Плотность жидких металлов и ее температурная зависимость. // ТВТ. 1981. Депонирована в ВИНТИ. № 1093-81.
46. Чалмерес Б. Теория затвердевания. – М.: Металлургия, 1968.- 288 с. 4
47. Ченцов В.П., Шевченко В.Г., Мозговой А.Г., Покрасин М.А. Плотность и поверхностное натяжение тяжелых жидкометаллических теплоносителей. Галлий и индий. «Перспективные материалы» 2011 г. №3
48. Чечулин В.А. Усадка металлов и сплавов. – Свердловск: УПИ, 1983 с.6
49. Чуянов В.А. Металлы. Энциклопедический словарь юного физика. — М.: Педагогика, 1984. — с. 165—167. — 352 с.
50. Ягодин Д.А. Исследование структурной неоднородности расплавов Ga-Bi и Pd-Si методами акустометрии и гамма-денситометрии: диссертация на соискание учёной степени кандидата физ.-мат. наук, Екатеринбург 2007 г.

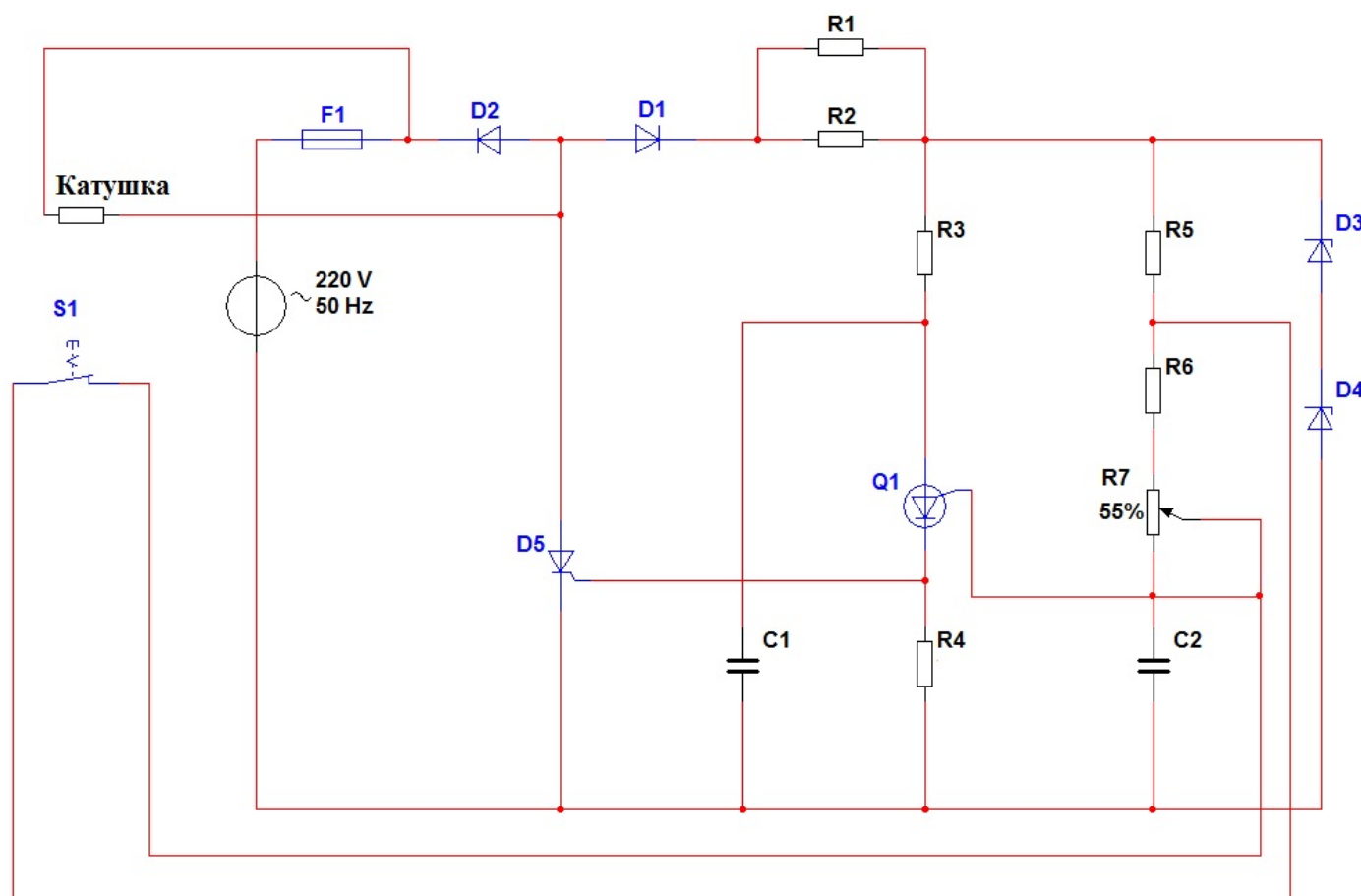
ПРИЛОЖЕНИЕ №1

Принципиальная электрическая схема Спектро-аналитического блока САБ-ПУ (ООО «Форатех»)



ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Принципиальная электрическая схема устройства управления клапаном КВМ-25



C1 – конденсатор МБМ-160-0,05;

C2 – конденсатор МБМ-160-1,0;

F1 – вставка плавкая ВП1-1В 3,15А 250В;

Резисторы:

R1, R2 – МЛТ2-47кОм;

R3 – МЛТ0,25-1,8кОм;

R4 – МЛТ0,25-220Ом;

R5 – МЛТ-0,5-1,2кОм;

R6 – МЛТ0,5-2,0кОм;

R7 – СП5-22-10кОм;

D1 – диод КД202Р;

D2 – диод Д226Б;

D3, D4 – стабилитрон Д814Г;

Q1 – транзистор КТМ7Б;

D5 – тиристор Т112-10-10-4 УХЛ 2,1;

S1 – концевой выключатель обратной связи.